

AP20 Rec'd PCT/PTO 19 MAY 2006

明 細 書

スパッタリングターゲット材

技術分野

- [0001] 本発明はスパッタリングターゲット材(以下、単にターゲット材と称する場合もある)に関し、特に、スパッタリング時に生じるアーキング現象やスプラッシュ現象を抑制されたアルミニウム系合金のスパッタリングターゲット材に関する。

背景技術

- [0002] 近年、FPD(Flat Panel Display)、記録媒体、半導体デバイス等の分野においては、スパッタリングターゲット材が使用されている。また、FPD分野では、画面の大型化に伴いスパッタリングターゲット材自体の大型化が進行している。
- [0003] 各分野で使用されるスパッタリングターゲット材は、様々な組成材質のものが知られているが、スパッタリング時におけるターゲット材特性として、アーキング現象やスプラッシュ現象を生じないことが、その組成の相違に関わらず要求される。
- [0004] このアーキング現象とは、スパッタリング時に生じる異常放電のことをいい、このアーキング現象が生じるとスパッタリングによる安定した薄膜形成を阻害する。また、スプラッシュ現象とは、スパッタリング時にターゲット材から発生する異常飛沫が基板等に付着することをいい、この異常飛沫は通常のスパッタ粒子に比べて大きなものであるため、基材に付着した場合、均一な薄膜形成を阻害し、例えば、配線間のショートや断線等を生じさせる原因となる。
- [0005] このようなアーキング現象やスプラッシュ現象を抑制するためには、スパッタリングターゲット材の組織を微細化し、均質化することが行われている。空孔などの欠陥がなく、均質で、微細な組織のターゲット材であれば、スパッタリング時におけるアーキング現象やスプラッシュ現象が抑制され、より高い成膜速度も実現できるのである。
- [0006] ところで、スパッタリングターゲット材の製造方法としては、一般的には溶解 casting 法や粉末冶金法が採用されている。そして、均質で、微細な組織のターゲット材を得るためには、通常、ターゲット材の製造方法を改善することにより対応しているのが現状である。

[0007] しかしながら、ターゲット材の組成は多種多様であり、また、近年の大型化対応のため、ターゲット材の製造方法の工夫による組織改変だけでは、アーキング現象やスプラッシュ現象を十分に抑制できない場合が生じ始めてきた。例えば、スパッタリングターゲット材の材質が複合材料のようなものである場合、製造方法での改善対応だけでは、母材中の分散粒子を均一に且つ微細に分散させることが十分に満足できるレベルまで実現できないこともある(例えば、特許文献1参照)。

特許文献1:特開2003-3258号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0008] 本発明は、以上のような事情を背景になされたものであり、スパッタリング時におけるアーキング現象やスプラッシュ現象を極力生じないように、均質且つ微細な組織に改変したスパッタリングターゲット材を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0009] 上記課題を解決するために、本発明は、スパッタリングターゲット材のスパッタリングに使用される部分に、摩擦攪拌処理を行ったことを特徴とするものとした。本発明における摩擦攪拌処理とは、摩擦攪拌溶接(FSW:Friction Stir Welding)法を利用した組織改変処理のことをいう。具体的には、ターゲット材のスパッタリングに使用される部分に、ターゲット材の材質よりも硬い材質のプローブを当接し、プローブと該部分との間に相対的な循環運動(例えば、プローブを回転させながら移動する運動)を生じさせ、発生した摩擦熱により当該部分に塑性流動を生じさせるのである。この摩擦攪拌処理により塑性流動がされた部分の組織は、処理前よりも均質で且つ微細なものとなる。その結果、本発明に係るスパッタリングターゲット材であれば、スパッタリング時のアーキング現象及びスプラッシュ現象を確実に抑制できるようになる。

[0010] より具体的な摩擦攪拌処理条件としては、プローブの一回転あたりの移動距離を0.45mm~1.40mmとすることが好ましい。0.45mm/回転未満であると、ばりやピンホールが発生しやすくなるとともに、生産性も低下することとなる。また、1.40mm/回転を超えると、同様にばりやピンホールが発生しやすくなる傾向が強くなり、場合によってはプローブ自体が折れて破損することや摩擦攪拌処理機用モータに負荷が

かかり焼損する場合がある。この摩擦攪拌処理によりスパッタリングターゲット材に、ばりやピンホールが発生してしまうと、スパッタリング時のアーキング現象やスプラッシュ現象が発生し易くなり、本発明の摩擦攪拌処理の効果が打ち消されることになる。加えて、この摩擦攪拌処理後のターゲット材には、必要に応じて焼鈍処理を行うことも好ましい。この焼鈍処理を行うと、ターゲット材の組織をより均一なものにすることができるうえ、内部応力も緩和されるためバックングプレートなどへのボンディング時の反りも抑制されるからである。この焼鈍処理の条件、例えば、焼鈍温度や処理時間は、ターゲット材の材質を考慮して適宜調整することができる。

[0011] また、本発明における摩擦攪拌処理は、スパッタリングターゲット材の材質、特にその製造方法の材質には全く左右されないため、ターゲット材が焼結材であっても、鑄造材であっても、アーキング現象及びスプラッシュ現象を確実に抑制できるものとなる。

[0012] 本発明における摩擦攪拌処理はアルミニウム系合金のターゲット材に適用することが好ましく、更には、炭素を含有するアルミニウム系合金のターゲット材に適用することが望ましいものである。近年、液晶ディスプレイの配線材料として注目され、大面積の大型ターゲット材として市場に出回っているアルミニウム系合金のスパッタリングターゲット材は、ターゲット材の基本的な特性であるアーキング現象やスプラッシュ現象の抑制を厳しく要求されている。本発明のスパッタリングターゲット材であれば、アルミニウム系合金のターゲット材であっても、アーキング現象やスプラッシュ現象を十分に抑制でき、安定したスパッタリングが可能となる。また、炭素を含有するアルミニウム系合金は粒子分散型の複合材料ともいえ、このようなターゲット材の組織を均質且つ微細にすることは容易ではないため、アーキング現象やスプラッシュ現象を実用上満足できるレベルにまで抑制することが困難とされる傾向がある。しかし、本発明の摩擦攪拌処理を行うことで、炭素を含有したアルミニウム系合金のターゲット材であっても、アーキング現象やスプラッシュ現象が十分に抑制できる。

[0013] また、本発明は、ニッケル、コバルト、鉄のいずれか一種以上の元素を含むアルミニウム系合金のスパッタリングターゲット材であっても、アーキング現象やスプラッシュ現象を確実に抑制することが可能となる。このような組成のアルミニウム系合金のターゲ

ット材は、ITO膜に直接オーミック接合できる薄膜を形成でき、シリコン上に薄膜を直接形成しても、シリコンとアルミニウムの相互拡散が生じず、比抵抗が低く、耐熱性に優れた配線を形成できるものである。ところが、このような組成のアルミニウム系合金のスパッタリングターゲット材は、炭化物や金属間化合物がアルミニウム母相中に分散した組織となることが知られているが、本発明のスパッタリングターゲット材であれば、この炭化物や金属間化合物が均質且つ微細にアルミニウム母相中に分散しているので、アーキング現象やスプラッシュ現象を生じにくくなる。このようなアルミニウム系合金としては、例えば、アルミニウム－炭素－ニッケル合金、アルミニウム－炭素－ニッケル－コバルト合金などが挙げられる。また、その組成としては、ニッケル、コバルト、鉄のうち少なくとも一種以上の元素を0.5～7.0at%と、炭素を0.1～3.0at%とを含有し、残部がアルミニウムとすることができる。

発明の効果

- [0014] 以上のように、本発明に係るスパッタリングターゲット材は、その組成や大きさ、製造方法による材質の相違などに関わらず、スパッタリングに使用される部分が均質且つ微細な組織となっているので、スパッタリング時のアーキング現象やスプラッシュ現象を確実に抑制できる。そして、本発明は、大面積化の進行する液晶ディスプレイに使用されるアルミニウム系合金のスパッタリングターゲット材に特に有効なものである。

図面の簡単な説明

- [0015] [図1]摩擦攪拌処理を示す概略図。
[図2]比較例のターゲット材表面のSEM観察写真(500倍)。
[図3]比較例のターゲット材表面のSEM観察写真(500倍)。
[図4]実施例のターゲット材表面のSEM観察写真(500倍)。
[図5]実施例のターゲット材表面のSEM観察写真(500倍)。
[図6]スターロッドの断面概略図。

発明を実施するための最良の形態

- [0016] 本発明の好ましい実施形態について、実施例及び比較例に基づき説明する。
[0017] 実施例:本実施例及び比較例のターゲット材は、以下のようにして製造した炭素を含有するアルミニウム系合金である。まず、カーボンルツボ(純度99.9%)に、純度99

99%のアルミニウムを投入して、1600～2500℃の温度範囲内に加熱してアルミニウムを溶解した。このカーボンルツボによるアルミニウムの溶解は、アルゴンガス雰囲気中で雰囲気圧力は大気圧として行った。この溶解温度で約5分間保持し、カーボンルツボ内にアルミニウム－炭素合金を生成した後、その溶湯を炭素鋳型に投入して、放置することにより自然冷却して鋳造した。

[0018] この炭素鋳型に鋳造したアルミニウム－炭素合金の鋳塊を取り出し、純度99.99%のアルミニウムとニッケルとを所定量加えて、再溶解用のカーボンルツボに投入して、800℃に加熱することで再溶解し、約1分間攪拌を行った。この再溶解も、アルゴンガス雰囲気中で、雰囲気圧力は大気圧にして行った。攪拌後、溶湯を銅水冷鋳型に鋳込むことにより、板形状の鋳塊を得た。さらに、この鋳塊を圧延機により、厚さ20mm、幅400mm×長さ600mmの板状ターゲット材を形成した。

[0019] そして、この実施例のターゲット材は、上述のようにして製造したターゲット材の片面側に対し、摩擦攪拌処理を行った。摩擦攪拌処理は、図1に示すように、市販の摩擦攪拌接合装置のスターロッド1をターゲット材Tの上部に直接配置して行った。このスターロッド1の先端部2(鋼製)を所定の回転速度及び送り速度に設定し、ターゲット材Tのほぼ全面を渡って移動させた。

[0020] この摩擦攪拌処理について具体的に説明すると、まず、スターロッドは、図6に示す断面寸法のものを使用した。そして、スターロッド1を500rpmの回転速度で、300mm/min(0.6mm/回転)の移動速度になるように制御した。また、スターロッド1の先端は、深さ12mm程度、ターゲット材中に進入した状態とした。片面側のほぼ全面を摩擦攪拌処理した後、ターゲット材を反転して、未処理側の面についても同じ条件で摩擦攪拌処理を行った。この結果、実施例のターゲット材は、ほぼ全体に摩擦攪拌処理がされ、厚み方向に関しても、全厚みに渡って摩擦攪拌処理がされた状態となっていた。実施例の比較として、FSW処理を行っていないターゲット材を比較例として用いた。

[0021] 上記した実施例及び比較例のターゲット材について、その表面のSEM観察、表面粗度測定、アーキング特性、スプラッシュ特性について調査を行った。

[0022] 図2及び図3には比較例のSEM観察、図4及び図5には実施例のSEM観察の結

果を示している。図2で示す比較例では、針状の黒っぽい析出物が見受けられるが、この析出物は炭化物である Al_4C_3 であった(図2写真の中央に見える黒い針状析出物、長さ約 $50\mu\text{m}$)。また、図2及び図3で白い斑点状に見える部分は、金属間化合物である Al_3Ni の析出物であったが、図3に示すように、この Al_3Ni の析出物は縞状に分布している状態のところが多数箇所観察された。一方、図4及び図5の実施例の場合、炭化物である Al_4C_3 は、図2で見られたような比較的大きな状態の析出物としては観察されず、全体的に均等に分散している状態として観察された。また、金属間化合物である Al_3Ni は、比較例のように縞状に分布している状態は殆ど確認されなく、全体的にほぼ均等に分散している状態が確認された。

[0023] 次に、アーキング特性の結果について説明する。このアーキング特性は、上記した板状のターゲット材から円板(直径 203.2mm ×厚さ 10mm)のスパッタリングターゲットを切り出し、市販のスパッタリング装置(トッキ株式会社製 MSL-464)に装着して、投入電力 $12\text{W}/\text{cm}^2$ で、所定時間スパッタリングを行い、そのスパッタ処理中に該装置がカウントした異常放電回数によって調べた。その結果、比較例の場合、3.5hrのスパッタ時間中4447回の異常放電が発生した。一方、実施例の場合、3.5hrのスパッタ時間中250回しか異常放電は発生しなかった。

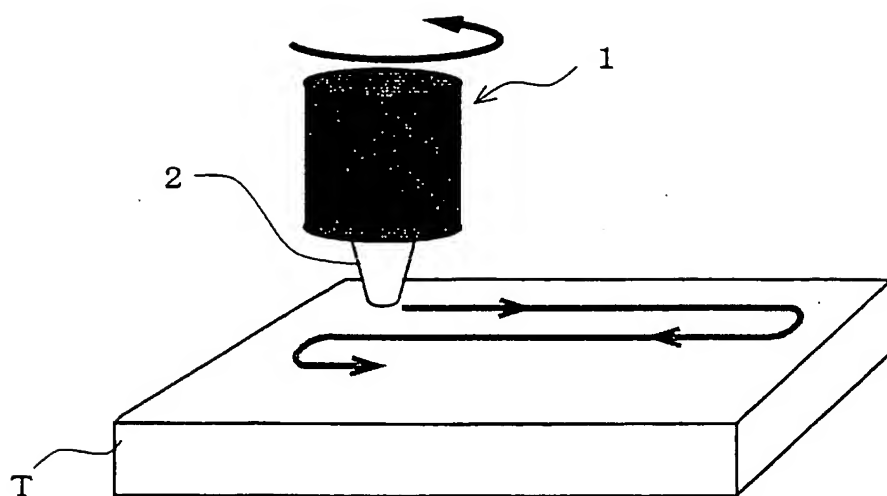
[0024] 最後に、スプラッシュ特性の結果について説明する。上記アーキング特性の場合と同様な条件で、1時間のスパッタリングを行い、ガラス基板上に Al-Ni-C 合金薄膜を形成した。その後、その薄膜表面を観察することにより、 $10\mu\text{m}$ 以上のスプラッシュ(異常飛沫)が存在しているかを調査した。その結果、比較例のターゲット材では多数の異常飛沫が確認されたが、実施例では $10\mu\text{m}$ 以上の異常飛沫は全く確認されなかった。

請求の範囲

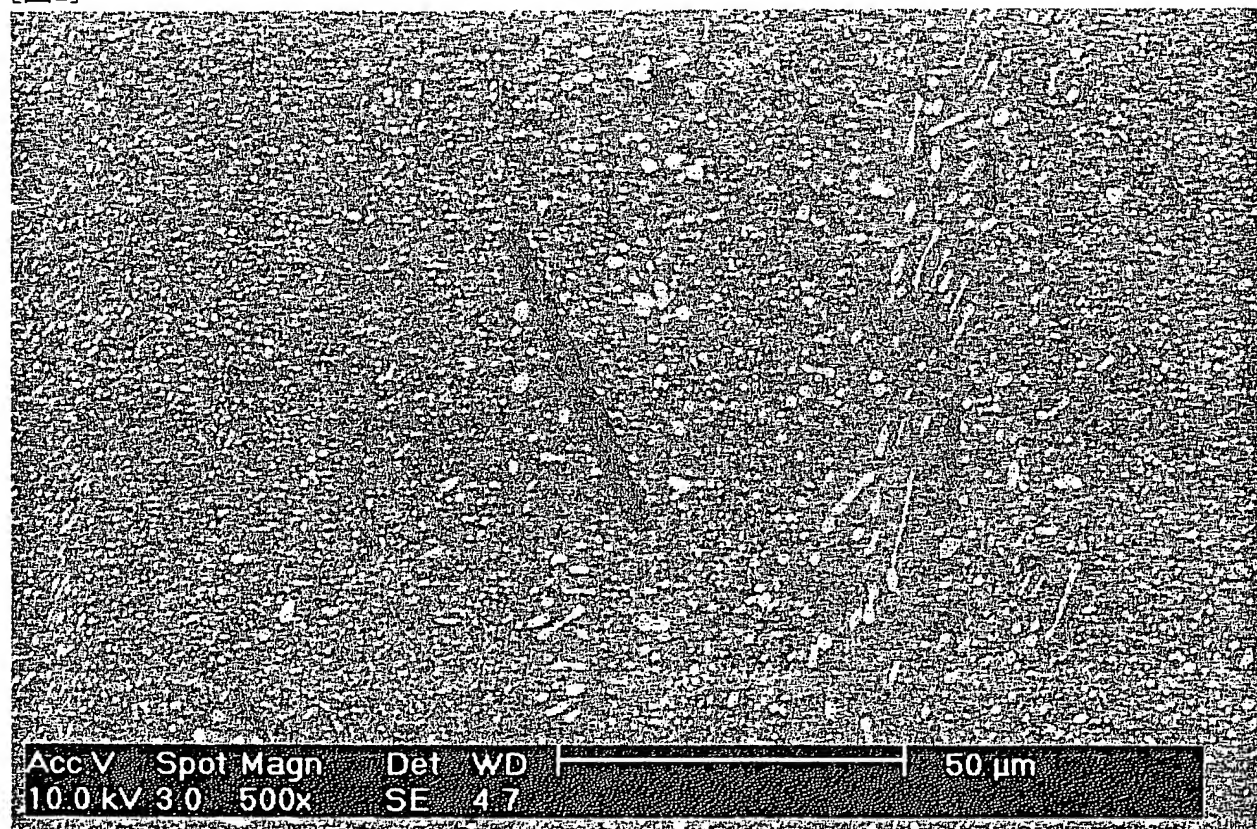
- [1] スパッタリングターゲット材のスパッタリングに使用される部分に、摩擦攪拌処理を行ったことを特徴するスパッタリングターゲット材。
- [2] スパッタリングターゲット材は、アルミニウム系合金である請求項1に記載のスパッタリングターゲット材。
- [3] アルミニウム系合金は、炭素を含有する請求項2に記載のスパッタリングターゲット材。
- [4] ニッケル、コバルト、鉄のいずれか一種以上の元素を含む請求項2又は請求項3に記載のスパッタリングターゲット材。
- [5] スパッタリングターゲット材が焼結材又は鑄造材である請求項1～請求項4いずれかに記載のスパッタリングターゲット材。

THIS PAGE BLANK (USPTO)

[図1]

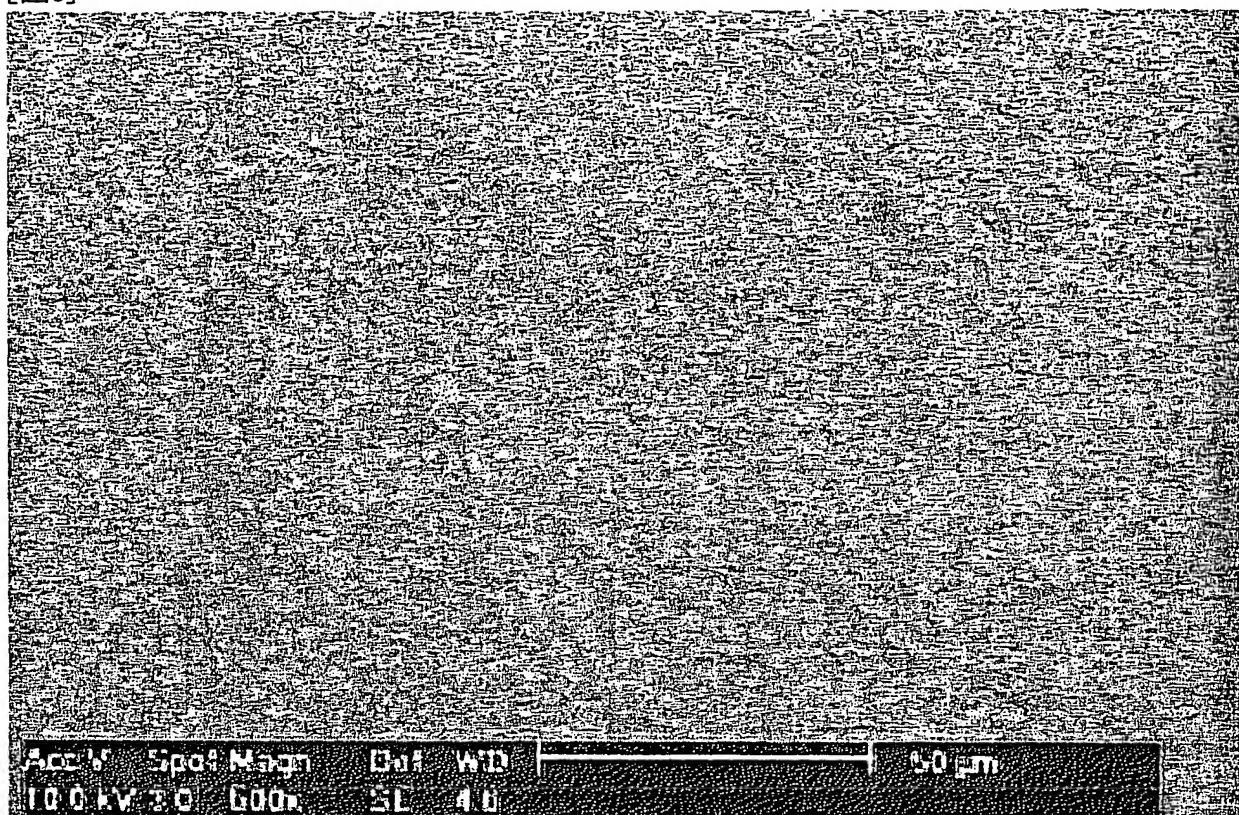


[図2]

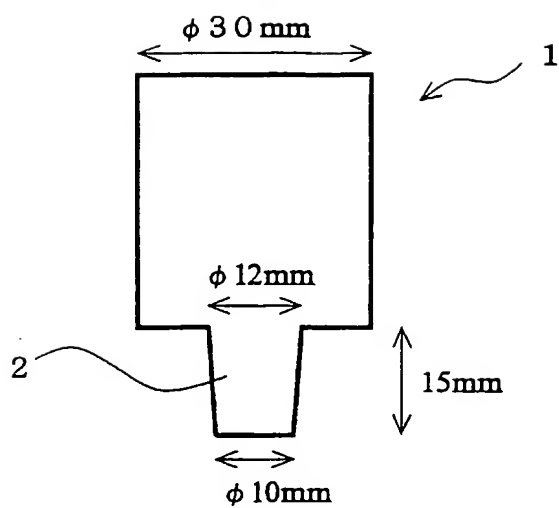


THIS PAGE BLANK (USPTO)

[図5]



[図6]



THIS PAGE BLANK (USPTO)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/012657

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C23C14/34 (2006.01), B23K20/12 (2006.01), C22C1/02 (2006.01), C22C1/04 (2006.01), C22C21/00 (2006.01), B23K103/10 (2006.01)

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C23C14/34 (2006.01), B23K20/12 (2006.01), C22C1/02 (2006.01), C22C1/04 (2006.01), C22C21/00 (2006.01), B23K103/10 (2006.01)

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2005
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2005	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2005

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
JSTPlus (JOIS)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2002-248584 A (Hitachi, Ltd.), 03 September, 2002 (03.09.02), Claims & US 2002-153130 A1 & US 2004-194942 A	1-5
P, A	JP 2004-307906 A (KOBELCO RESEARCH INSTITUTE, INC.), 04 November, 2004 (04.11.04), Claims & WO 2004-090194 A1	1-5

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
 "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
 "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
 "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
 "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
 "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
 "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
 "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
29 September, 2005 (29.09.05)

Date of mailing of the international search report
01 November, 2005 (01.11.05)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

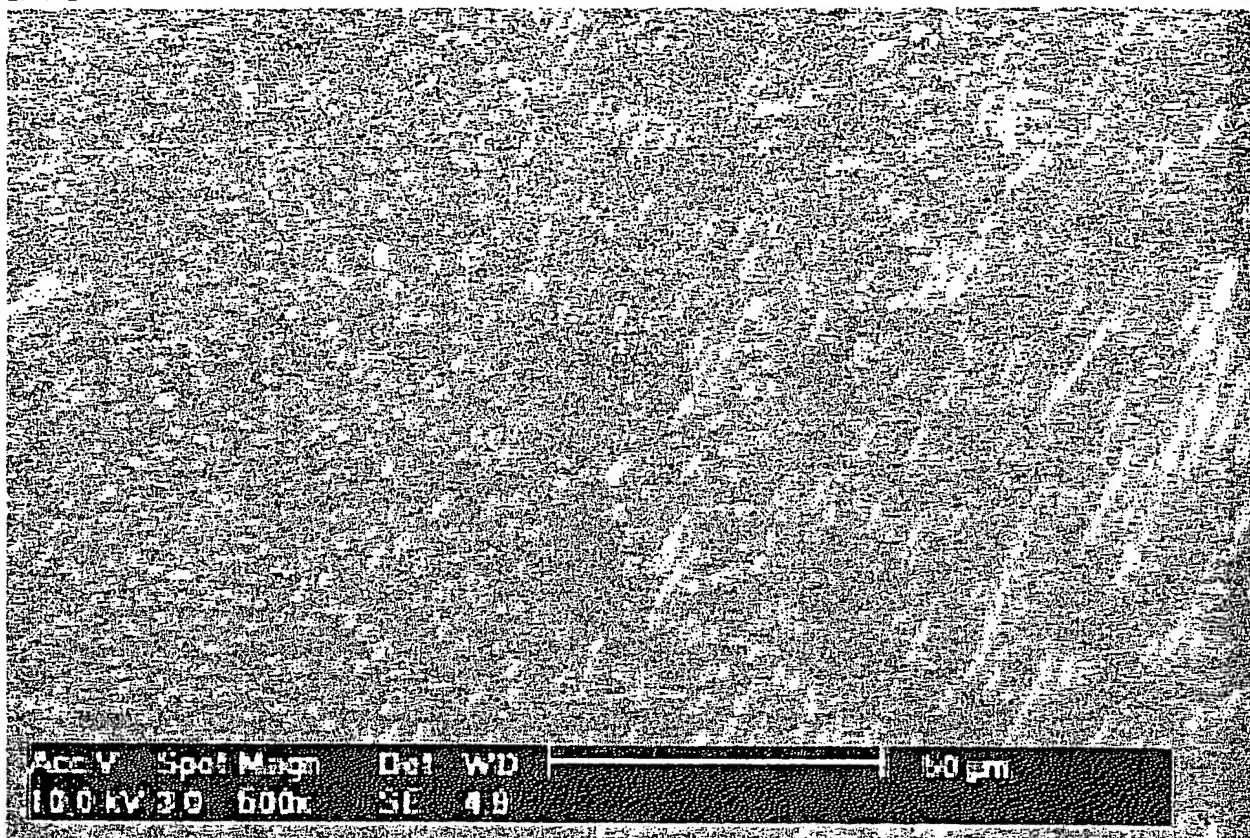
Authorized officer

Facsimile No.

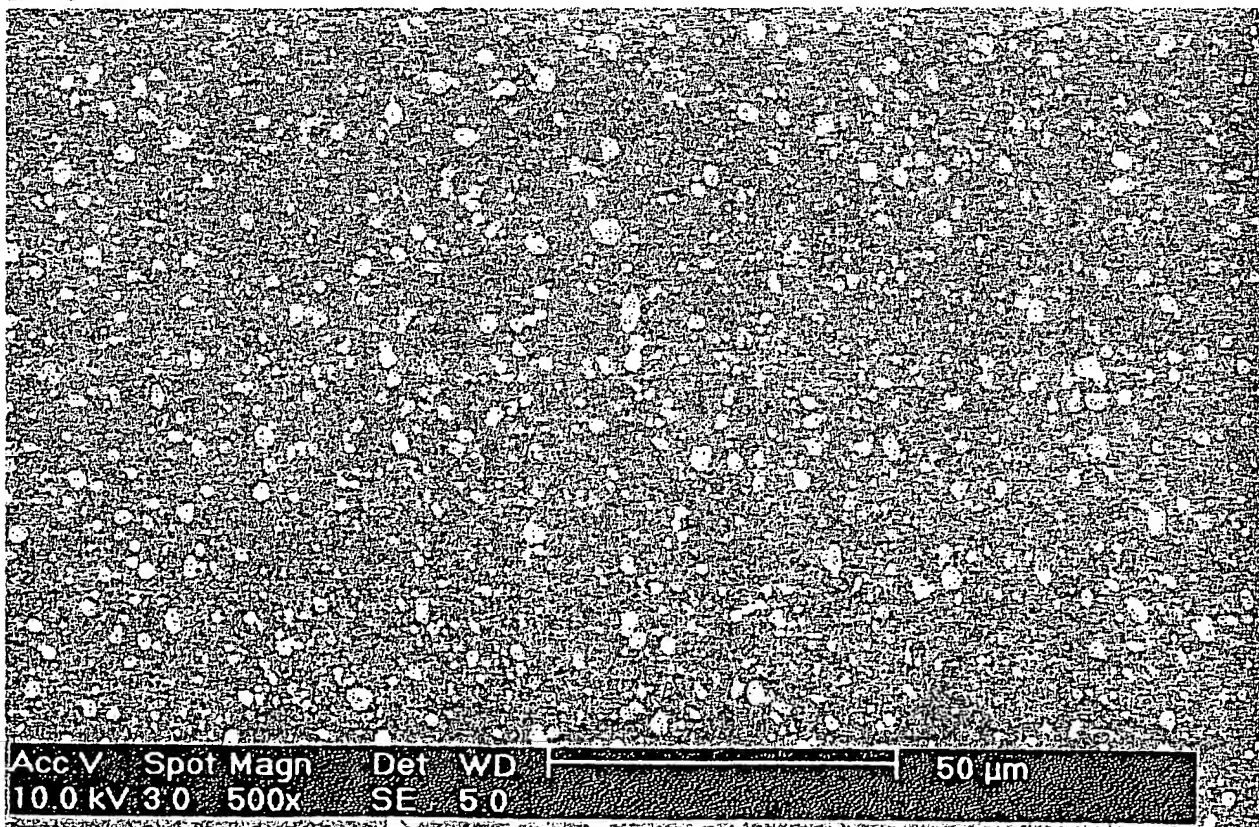
Telephone No.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

[図3]



[図4]



THIS PAGE BLANK (USPTO)

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl.⁷ C23C14/34 (2006.01), B23K20/12 (2006.01), C22C1/02 (2006.01), C22C1/04 (2006.01), C22C21/00 (2006.01), B23K103/10 (2006.01)

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl.⁷ C23C14/34 (2006.01), B23K20/12 (2006.01), C22C1/02 (2006.01), C22C1/04 (2006.01), C22C21/00 (2006.01), B23K103/10 (2006.01)

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2005年
日本国実用新案登録公報	1996-2005年
日本国登録実用新案公報	1994-2005年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

JSTPlus(JOIS)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 2002-248584 A(株式会社日立製作所) 2002.09.03 特許請求の範囲 & US 2002-153130 A1 & US 2004-194942 A	1-5
P, A	JP 2004-307906 A(株式会社コルベコ科研) 2004.11.04 特許請求の範囲 & WO 2004-090194 A1	1-5

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

29.09.2005

国際調査報告の発送日

01.11.2005

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区設が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

真々田 忠博

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

4G

8216

THIS PAGE BLANK (USPTO)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)